(19)日本国特許庁(JP)

# 四公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-86438 (P2000-86438A)

(43)公開日 平成12年3月28日(2000.3.28)

(51) Int.Cl.7

A61K 7/00

識別記号

FI A61K 7/00 テーマコード(参考)

N 4C083

J

### 審査請求 未請求 請求項の数4 FD (全 11 頁)

(21)出願番号 特願平10-279341 (71)出願人 000145862 株式会社コーセー 東京都中央区日本橋3丁目6番2号 (72)発明者 宮川 さつき 東京都北区栄町48番18号 株式会社コーセー研究本部内 (72)発明者 橋 清美 東京都北区栄町48番18号 株式会社コーセー研究本部内

最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】 油中水型化粧料

#### (57)【要約】

【課題】なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れた油中水型化粧料を提供する。

【解決手段】次の成分(A)及び(B)

- (A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体
- (B) 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキ サン重合物

を含有することを特徴とする油中水型化粧料。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】次の成分(A)及び(B)

- (A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体
- (B) 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキ サン重合物

を含有することを特徴とする油中水型化粧料。

【請求項2】成分(A)の複合粉体が、(a)ビニル基含有オルガノポリシロキサンと(b)オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物に触媒を加えて反応させ、球状微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させた後、乾燥させて得られる複合粉体であることを特徴とする請求項1記載の油中水型化粧料。

【請求項3】前記球状微粒子分散液の球状微粒子の平均 粒径が、0.1~100μmであることを特徴とする請 求項1~2のいずれかに記載の油中水型化粧料。

【請求項4】成分(A)の複合粉体の配合量が0.01~30重量%、成分(B)の部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物の配合量が0.1~30重量%であることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の油中水型化粧料。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、異種のオルガノボリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ボリエーテル変性オルガノボリシロキサン重合物を含有することにより、なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れた油中水型化粧料に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】近年、化粧料においては、さっぱりとし てべたつきが少なく、また経時での化粧持ちを向上させ るために、油剤としてシリコーン油が多く使用されてい る。また、このような油剤を用いて乳化組成物を調製す る際、通常乳化剤として、シリコーン油と混和しやすい 親油性のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキ サン系界面活性剤が汎用されている。一例として、油性 成分に部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物と低粘 度シリコーン油からなるシリコーン組成物を含有し、乳 化剤としてポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロ キサン系界面活性剤を用いて、経時安定性および使用感 に優れる油中水型乳化化粧料(特開平3-796669 号公報)や、部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリ シロキサン重合物を低粘度シリコーンとせん断力下で混 練処理して得られるシリコーン組成物を油剤として用い た場合、なめらかでさっぱりした優れた使用感が得ら れ、さらに無水ケイ酸や疎水性シリカを配合したり、糖

類、糖アルコール類、無機塩類を配合することによって 経時安定性の向上をはかる技術が提案されている(特開 平6-40847号、特開平6-40848号公報)。 【0003】

【発明が解決しようとする課題】これらはさっぱりした 使用感や経時安定性に優れるものの、後肌のさらさら感 や化粧持ち、化粧持続性の点で充分満足のいくものでは なかった。一方、使用性を向上するために、ポリオルガ ノシルセスキオキサン樹脂の微粒子や、ゴム弾性を有す るシリコーンゴム粉粒状物等のシリコーン微粒子を化粧 料に配合することが提案されている(特開平1-268 615号公報、特公平7-053646号公報)。しか しながら、前者のポリオルガノシルセスキオキサン樹脂 の微粒子を配合した化粧料は、ポリオルガノシルセスキ オキサン微粒子粉体の硬度が高いため、さらっとしては いるものの、硬い感触の違和感を与えるものであった。 また、後者のゴム弾性を有する微粒子は、前者のような 欠点は大幅に解消されているが、流動性が乏しいため取 り扱いし難く、又、凝集性が強いため、各種基材への均 一分散が困難で基材との相溶性も悪い等、化粧料に配合 するにはかなりの制限があった。したがって、良好な使 用感、使用性、経時安定性に優れると共に、化粧持ち、 化粧持続性の点でも満足のいく油中水型化粧料の開発が 望まれていた。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を行なった結果、油中水型化粧料において、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と、部分架橋型ポリエーテル変性オルガノボリシロキサン重合物を含有することにより、なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れることを見出だし本発明を完成するに至った。

【0005】すなわち、本発明は、次の成分(A)及び(B)

- (A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体
- (B) 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキ サン重合物

を含有することを特徴とする油中水型化粧料である。以下、本発明について詳細に説明する。

#### [0006]

【発明の実施の形態】本発明に使用される成分(A)の複合粉体は、(a)ビニル基含有オルガノポリシロキサン(b)オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物に触媒を加えて反応させ、球状微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させた後、乾燥させて得られる複合粉体

である。前記球状微粒子分散液の球状微粒子の平均粒径 は、使用感、使用性において 0.1~100μmが好ま しい。

【0007】本発明の油中水型化粧料中、成分(A)の 複合粉体の配合量は、効果の発現及び使用性において、 0.01~30重量%(以下、単に「%」で示す。)が 好ましく、更に好ましくは、0.05~20%である。 また、この複合粉体は必要に応じて一種又は二種以上用 いることができる。

【0008】本発明に使用される成分(B)である部分 架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物 とは、オルガノハイドロジェンポリシロキサンと脂肪族 不飽和基含有化合物とを付加重合させたもので、特開平 4-272932号公報、特開平5-140320号公 報等に記載されているものが例示される。部分架橋型ポ リエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物は、下記 一般式(1)

 $R_a^1 R_b^2 H_c S i O_{(4-a-b-c)/2} \cdot \cdot \cdot (1)$ 

 $C_{n}H_{2n-1}O(C_{2}H_{4}O)_{h}(C_{3}H_{6}O)_{i}C_{n}H_{2n-1}\cdot\cdot\cdot(1)$ 

「式中、hは2~200の整数、iは0~200の整 数、h+iは3~200の整数、mは2~6をそれぞれ 示す]で表わされるポリオキシアルキレン及び/又は一 般式(口)

 $R_{i}^{1}R_{k}^{5}SiO_{(4-j-k)/2}\cdots \Box$ 

[式中、R1は前記に同じ、R5は末端に脂肪族不飽和基 を有する炭素数2~10の1価炭化水素基、jは1.0  $\leq i \leq 3.0$ , ktd0.001 $\leq k \leq 1.5$ 示す)で表わされるオルガノポリシロキサンとの組合せ において、上記一般式(1)及び/又は一般式(イ)で 表わされる成分を必須成分とする重合物である。

【〇〇〇9】成分(B)の部分架橋型ポリエーテル変性 オルガノポリシロキサン重合物の配合量は、0.1~3 ○重量%が好ましく、更に好ましくは0.5~20%の 範囲で配合される。配合量がこの範囲であれば油中水型 化粧料において特に良好なものが得られる。また、これ らの部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサ ン重合物は必要に応じて一種又は二種以上用いることが

【0010】本発明の油中水型化粧料には、本発明の効 果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用される油剤、ゲ ル化剤、粉体、アルコール類、水溶性高分子、油溶性高 分子、皮膜形成剤、樹脂、紫外線吸収剤、保湿剤、防腐 剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、PH調整剤、キ レート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分(美白剤、細 胞賦活剤、肌あれ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、抗 脂漏剤等)、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモ ン、包接化合物等を添加することができる。

【0011】油剤としては、通常の化粧料に使用される ものであれば、固体、半固体、液状の油剤のいずれのも のも使用することができ、例えば、天然動植物油脂類、

[式中、R1は同種又は異種の炭素数1~18の非置 換、又は置換のアルキル基、アリール基、アラルキル基 又はハロゲン化炭化水素基、R2は一般式CnH2nO(C 2 H<sub>4</sub> O)<sub>a</sub> (C<sub>3</sub> H<sub>6</sub> O)<sub>e</sub> R<sup>3</sup> {ここにR<sup>3</sup>は水素原子又は 炭素数1~10の飽和脂肪族炭化水素基もしくは-(C O) - R4 (R4 は炭素数1~5の飽和脂肪族炭化水素 基) で示される基、dは2~200の整数、eは0~2 00の整数、d+eは3~200の整数、nは2~6を それぞれ示す ) で示されるポリオキシアルキレン基、a は1. 0≤a≤2. 5、bは0. 001≤b≤1. 0、 cは0.001≤c≤1.0をそれぞれ示す]で表わさ れるオルガノハイドロジェンポリシロキサン及び/又は <del>一般</del>式(2)

 $R_{f}^{1}H_{g}SiO_{(4-f-g)/2}\cdot\cdot\cdot(2)$ 「式中、R<sup>1</sup>は上記と同じ、fは1.0≤f≤3.0、 gは0.001≤g≤1.5をそれぞれ示す]で表わさ れるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと一般式 (1)

及び半合成油脂としては、アボガド油、アマニ油、アー モンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ 脂、カポックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キ ャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キ ョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コ メ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、 サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、 ジョジョバロウ、セラックロウ、タートル油、大豆油、 茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、 ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パー シック油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマ シ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブ ドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、マカデミアナッツ 油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、 モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、ト リヤシ油脂肪酸グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリ ン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコー ル、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソ プロピル、POEラノリンアルコールエーテル、POE ラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエ チレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコール エーテル、卵黄油等;炭化水素油として、オゾケライ ト、スクワラン、スクワレン、セレシン、パラフィン、 パラフィンワックス、流動パラフィン、プリスタン、ポ リイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセ リン等;高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン 酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシ レン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキ ドン酸、エイコサペンタエン酸(EPA)、ドコサヘキ サエン酸 (DHA)、イソステアリン酸、12-ヒドロ キシステアリン酸等:高級アルコールとしては、ラウリ ルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアル コール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、 ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソス テアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチル ドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシル テトラデシノール、コレステロール、フィトステロー ル、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグ リセリンエーテル (バチルアルコール) 等;エステル油 としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘ キミルデシル、アジピン酸ジー2ーヘプチルウンデシ ル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イ ソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリ メチロールプロパン、ジー2-エチルヘキサン酸エチレ ングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリー2 -エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラー 2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン 酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸 オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デ シル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸 トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢酸アミ ル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチ ル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、 セバシン酸ジー2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸 ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸 2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシ ル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒド ロキシステアリル酸コレステリル、ジペンタエリスリト ール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリ スチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシル デシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸 ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシ ル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチル ドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリル等;グリ セライド油としては、アセトグリセライド、トリイソオ クタン酸グリセライド、トリイソステアリン酸グリセラ イド、トリイソパルミチン酸グリセライド、トリー2-エチルヘキサン酸グリセライド、モノステアリン酸グリ セライド、ジー2ーヘプチルウンデカン酸グリセライ ド、トリミリスチン酸グリセライド等;シリコーン油と しては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリ シロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、オ クタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロ ペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサ ン、テトラメチルテトラハイドロジェンシクロテトラシ ロキサン、ステアロキシリコーン等の高級アルコキシ変 性シリコーン、高級脂肪酸変性シリコーン、シリコーン 樹脂、シリコンゴム、シリコーンレジン等;フッ素系油 剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロ デカリン、パーフルオロオクタン等が挙げられ、これら の油剤は必要に応じて一種、又は二種以上用いることが できる。

【0012】ゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリステート等の金属セッケン、Nーラウロイルーレーグルタミン酸、α, rージーnーブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2ーエチルへキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル、ショ糖ステアリンドル、ショ糖ステアリンドルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー等の有機変性粘土鉱物等から選ばれるゲル化剤で、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0013】アルコール類としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等、ステロールとして、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等がある。

【0014】水溶性高分子としては、アラビアゴム、ト ラガカント、ガラクタン、キャロブガム、グアーガム、 カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインス シード (マルメロ)、デンプン (コメ、トウモロコシ、 バレイショ、コムギ)、アルゲコロイド、トラントガ ム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタ ンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等 の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミ ン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデン プン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン 系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチ ルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセ ルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプ ロピルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸 ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、 結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、 アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコー ルエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチル エーテル、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分 子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレン ポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル 酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリル アミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カ チオンポリマー、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマ グネシウム、ラポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等 の無機系水溶性高分子などがある。また、この中には、 ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等の皮膜 形成剤も含まれる。

【0015】界面活性剤としては、アニオン性、カチオ

ン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、アニオン 件界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパル ミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、ア ルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪 酸の縮合等のカルボン酸塩、アルキルスルホン酸、アル ケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂 肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩とそ のホルマリン縮合物のスルホン酸塩、アルキル硫酸エス テル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキ ル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステル の硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エ ステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリ ン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリ ン酸塩、アミドリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤 等:カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン 塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等の アミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級ア ンモニウム塩、ピリジウム塩、イミダゾリウム塩等;非 イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステ ル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸 エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリ エチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エス テル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキ シプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンア ルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸工 ステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステ ル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、 ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオ キシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポ リオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒ マシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテ ル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポ リオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシ エチレンコレステリルエーテル、ポリオキシアルキレン 変件オルガノポリシロキサン、ポリオキシアルキレン・ アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノール アミド、糖エーテル、糖アミド等;両性界面活性剤とし ては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘 導体等が挙げられる。

【0016】粉体としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、その形状(球状、針状、板状、等)や粒子径(煙霧状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質等)を問わず、いずれのものも使用することができ、例えば、無機粉体としては、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ウルク、合成雲母、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、

ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、 ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン 酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、 ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘク トライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リ ン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化 ホウ素、窒化ボロン、シリカ等;有機粉体としては、ポ リアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレ ンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパ ウダー、ポリウレタン、ベンゾグアナミンパウダー、ポ リメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエ チレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、 セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12 ナイロン、6ナイロン、スチレン・アクリル酸共重合 体、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹 脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹 脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリ カーボネイト樹脂、微結晶繊維粉体、コメデンプン、ラ ウロイルリジン等;界面活性剤金属塩粉体(金属石鹸) としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウ ム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウ ム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セ チルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン 酸亜鉛ナトリウム等;有色顔料としては、酸化鉄、水酸 化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、アー酸化鉄等の無機 褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸 化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバ イオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、 水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コ バルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔 料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレー キ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した複合粉体 等;パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チ タン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆 オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、 酸化チタン被覆着色雲母等;金属粉末顔料としては、ア ルミニウムパウダー、カッパーパウダー、ステンレスパ ウダー等;タール色素としては、赤色3号、赤色104 号、赤色106号、赤色201号、赤色202号、赤色 204号、赤色205号、赤色220号、赤色226 号、赤色227号、赤色228号、赤色230号、赤色 401号、赤色505号、黄色4号、黄色5号、黄色2 02号、黄色203号、黄色204号、黄色401号、 青色1号、青色2号、青色201号、青色404号、绿 色3号、緑色201号、緑色204号、緑色205号、 橙色201号、橙色203号、橙色204号、橙色20 6号、橙色207号等;天然色素としては、カルミン 酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン 等から選ばれる粉体で、これらの粉体を複合化したり、 油剤やシリコーン、又はフッ素化合物で表面処理を行な った粉体でも良く、必要に応じて一種、又は二種以上用 いることができる。

【0017】紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2,4ージヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤等が挙げられる。

【0018】保湿剤としては、ソルビトール、キシリトール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、バリセリン、ジグリル、1、3-ブチレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩等がある。

【0019】防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸エステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

【0020】酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン等、pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、d1ーリンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、レーメントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルレチン酸、トラネキサム酸、アズレン等が挙げられる。

【0021】美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸 $\beta$ -ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、 $\alpha$ -ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールへキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、 $\gamma$ -オリザノール等の血行促

進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、 チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられ、ビタミン類 としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノー ル、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフ ラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオ チド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリド キシンジオクタノエート等のビタミンB6類、レーアス コルビン酸、L-アスコルビン酸ジパルミチン酸エステ ル、L-アスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、d1αートコフェロールーLーアスコルビン酸リン酸ジエス テルジカリウム等のビタミンC類、パントテン酸カルシ ウム、Dーパントテニルアルコール、パントテニルエチ ルエーテル、アセチルパントテニルエチルエーテル等の パントテン酸類、エルゴカルシフェロール、コレカルシ フェロール等のビタミンD類、ニコチン酸、ニコチン酸 ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、dl- $\alpha$ ートコフェロール、酢酸d  $1-\alpha$ ートコフェロール、 ニコチン酸 d 1 - α - トコフェロール、コハク酸 d 1 - $\alpha$ -トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンP、ビ オチン等がある。

【0022】アミノ酸類としては、アルギニン、アスパラギン酸、シスチン、システイン、メチオニン、セリン、ロイシン、トリプトファン等、核酸としては、デオキシリボ核酸等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

【0023】本発明の油中水型化粧料としては、乳液、クリーム、リップクリーム、ハンドクリーム、洗顔料等のスキンケア化粧料、ファンデーション、メークアップ下地、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、オーバーコート剤、口紅等のメークアップ化粧料、ヘアクリーム、コンディショナー、チックなどの頭髪化粧料など等が挙げられる。剤型は液状、乳液状、固形状、ペースト状、ゲル状等種々の形態を選択することができる。

[0024]

【実施例】以下に、本発明を実施例を挙げて説明するが、本発明は、これらによって何ら限定されるものではない.

【0025】(製造例1)オルガノポリシロキサン複合 粉体A

次の化学式(3)

[0026]

【化1】

【0042】以上のようにして得られた本発明品のエア ゾール組成物は、防臭効果が高く、塗布時のべたつきや 重さがなく、のび広がりが軽く、さらっとしたなめらか な感触を有し、又、再分散性が良好なため、非常に使用 性に優れたものであることがわかった。

【0043】実施例3: エアゾール組成物	
(成分)	(%)
1. 複合シリコーン粉体(製造例2)	3.0
2. クロルヒドロキシアルミニウム	10.0
3. イソプロピルメチルフェノール	0.1
4.セスキオレイン酸ソルビタン	0.5
5. ミリスチン酸イソプロピル	5.0
6. 香料	適量
7. 噴射剤	残 量
「 O O A A 】 / 但い生士(士 )	

【0044】(製造方法) A:成分1~6を混合する。 B: Aをエアゾール用缶に詰めた後、成分7を充填する。

【0045】以上のようにして得られた本発明品のエア ゾール組成物は、防臭効果が高く、塗布時のべたつきや 重さがなく、のび広がりが軽く、さらっとしたなめらか な感触を有し、又、再分散性が良好なため、非常に使用 性に優れたものであることがわかった。

### [0046]

【発明の効果】本発明に用いられる異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体は、流動性、基材との相溶性に優れ、かつ、凝集性が少なくて分散性に優れているため、これを配合する本発明のエアゾール組成物は、防臭効果が高く、塗布時のべたつきや重さがなくさらさらして、のび広がりも軽く、後肌も、さらっとしたなめらかな感触を有し、又、再分散性が良好なため、非常に使用性、安定性に優れたものである。

CH3

СНз.

СНз

【0029】で示される粘度が30cStのメチルハイ ドロジェンポリシロキサン20gを、1リットルのガラ スピーカーに仕込み、ホモミキサーを用いて2,000 rpmで攪拌混合した後、ポリオキシエチレン(付加モ ル数;9モル)オクチルフェニルエーテル1g、水15 0gを加えて6,000rpmで攪拌、転相してから更 に2,000rpm攪拌下、水329gを加え、O/W 型エマルションを得た。このO/W型エマルションを錨 型攪拌翼による攪拌装置の付いたガラスフラスコに移 し、室温で攪拌下、塩化白金酸ーオレフィン錯体のトル エン溶液(白金含有量0.05%)1gと、ポリオキシ エチレン (付加モル数: 9モル) オクチルフェニルエー テル1 gの混合物を添加、1 2時間反応を行ない、球状 微粒子分散液を得た。この分散液中の球状微粒子の平均 粒径をコールターカウンター(コールターエレクトロニ クス社製)を用いて測定したところ、15μmであっ た。次に、この球状微粒子分散液580g、水2,29 0g、及びアンモニア水(濃度28重量%)60gを3 リットルのガラスフラスコに仕込み、10℃、200r pmの条件で錨型攪拌翼により攪拌を行ない、メチルト リメトキシシラン65gを20分かけて滴下した。液温 5~15℃で4時間攪拌、更に55~60℃で1時間攪 拌して得られた液を加圧沪過器を用いて水約30%のケ ーキ状物とし、更に熱風循環乾燥機中で105℃で乾燥 した後、ジェットミルで解砕して複合粉体が得られた。 この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その 平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、1 5 umであった。又、この複合粉体は、重量分析によ り、球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシル セスキオキサン樹脂が10重量部複合化されたものであ った。

CH3.

【0030】(製造例2)オルガノポリシロキサン複合 粉体B

前記した製造例1のメチルトリメトキシシラン65gをメチルトリメトキシシラン55gとケーグリシドキシプロビルトリメトキシシラン10gの混合物としたほかは、製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が11重量部複合化されたものであった。

【0031】(製造例3)オルガノポリシロキサン複合 粉体C

前記した製造例1におけるO/W型エマルション作成時に使用したポリオキシエチレン(付加モル数;9モル)オクチルフェニルエーテルを5gとし、製造例1と同様にして球状微粒子分散液を得たが、この分散液中の粒子の平均粒径はコールターカウンターを用いて測定したところ、3μmであった。この球状微粒子分散液を製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、3μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が10重量部複合化されたものであった。

【0032】(製造例4)部分架橋型ポリエーテル変性 オルガノポリシロキサン重合物D

反応器中に、平均組成式(5)

[0033]

【化3】

【0034】で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン100g、エタノール62g、平均組成式が $CH_2=CHCH_2O(C_2H_4O)_{10}CH_2CH=CH_2$ で示されるポリオキシアルキレン23.6g及び塩化白金酸

3%のエタノール溶液 0.3 gを仕込み、内温を70~80℃に維持して2時間撹拌した後、減圧下で溶媒を除去し、粒状の重合物を得た。

【0035】(製造例5)部分架橋型ポリエーテル変性

【0037】で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン100g、エタノール62g、平均組成式が $CH_2=CHCH_2O(C_2H_4O)_{10}CH_2CH=CH_2$ で示されるポリオキシアルキレン2.6g及び塩化白金酸3%のエタノール溶液0.3gを仕込み、内温を70~80℃に維持して2時間撹拌した後、減圧下で溶媒を除去し、粒状の重合物を得た。

【0038】実施例1~2及び比較例1~3 油中水型 下地化粧料

表1に示す組成の油中水型下地化粧料を調製し、その使 用感及び使用性について下記の方法に従い、評価を行な った。

【0039】 【表1】

(%) 実 施 例 比 較 例 2 3 (成分) 3.0 3.0 3.0 3.0 3.0 1. 部分架模型は りょう 一夜性がかり す。リシロキサン重合物D(製造例4) 10.0 10.0 10.0 10.0 10.0 2. 9" x514" 19/04 \$2 (6cs) 10.0 | 10.0 10.0 10.0 10.0 3.デ カメチルンクロペ ンケシロンサン 2.0 4. ずり好砂ル共体が粉末(注1) 2.0 5. おが / ポリツロキン硬化物粉体(注2) 6. 初か / 本 リシロナン複合粉体 (製造例1) 2.0 4.0 7. おが パ りはり 複合粉体の(製造例3) 10.0 10.0 10.0 10.0 10.0 8. 1. 3-7 チレング リコール 2.0 2.0 2.0 20 2.0 9. グリモリン 10. 塩化ナトリウム 0.5 0.5 0.5 0:5 0.5 遺 登量 直直 遺量 產量 11. 防腐剤 英盘 12.香料 煮煮 遺武 意識 消量 | 夾畳 | 夾畳 | 夾畳 | 夾畳 残量 13. 精製水 (評価項目) 0 0 なめらかさ 0 0 Δ Δ 0 0 Δ さっぱり感 0 0 0 後肌のさらさら感 0 0 0 Δ × ファンデーションのつき 0 Δ × × 仕上がりの美しさ 化粧持統性

#### 【0040】(製造方法)

A:成分1~2を均一に混合後、成分3を加え、均一に 混合する。 B:成分8~11及び成分13を均一に混合する。 C:Aを撹拌しながら成分4~7を添加して充分に分散 する。 D: CにBを撹拌しながら添加して乳化後、成分12を加えて油中水型下地化粧料を得た。

【0041】(評価方法)女性50名の専門パネルにより使用テストを行ない、塗布時ののび広がり、なめらかさ、さっぱり感、後肌のさらさら感、またその上に市販のパウダーファンデーションを塗布し、ファンデーションのつき、仕上がりの美しさ(毛穴が目立たない)、化粧持続性(油光りやテカリ、よれ)について以下の基準で評価を行ない、その平均点で判定した。

#### [評価基準]

5点:非常に良好

4点:良好 3点:普通 2点:やや不良

1点:不良

#### [判定]

◎: 平均点4.5以上

○: 平均点3.5以上4.5未満

△: 平均点2. 5以上3. 5未満

×:平均点2.5未満

得られた結果を表1に併せて示す。

【0042】表1の結果から明らかなように、本発明の異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分 架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物 とを含有する油中水型化粧料は、塗布時のなめらかさ、後肌のさらさら感に優れ、またその上にパウダーファン デーションを塗布したときには、毛穴が目立たない美しい仕上がりで、テカリや油光りをおさえ、経時での化粧 持ちに優れたものであった。

[0043]

## 実施例3 油中水型日焼け止めクリーム

		(0/)
	(成分)	(%)
1.	部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン	5.0
	重合物D(製造例4)	
2.	ジメチルポリシロキサン(6cs)	10.0
3.	トリオクタン酸グリセリル	5.0
4.	デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0
5.	オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2)	2.0
6.	パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル	5.0
7.	1,3-ブチレングリコール	10.0
8.	防腐剤	適量
9.	香料	適量
0.	精製水	残量

## 【0044】(製造方法)

A:成分1~6を均一に混合する。

B:成分7~8及び成分10を混合し、均一に溶解す

る。

C:AにBを撹拌しながら添加する。

D: Cに成分9を加えて日焼け止めクリームを得た。

以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノポ

リシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ボリエーデル変性オルガノボリシロキサン重合物とを含有する油中水型日焼け止めクリームは、塗布時ののび広がり、なめらかさ、さっぱり感、後肌のさらさら感に優れ、また汗、水に強く、化粧持続性の高いものであった。

レガノポ

[0045]

## 実施例4 固形状油中水型ファンデーション

(成分)	(%)
1.部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン	10.0
重合物E(製造例5)	
2. ジメチルポリシロキサン(6cs)	10.0
3.オルガノポリシロキサン複合粉体C(製造例3)	5.0
4. デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0
5. フラクトオリゴ糖脂肪酸エステル	7.0
6. トリオクタン酸グリセリル	10.0
7. カルボキシビニルポリマー	0.4
8.水酸化ナトリウム	0.08
9.1,3-ブチレングリコール	5.0
10.酸化チタン	8.0
11.無機着色顔料	2.0
12. マイカ	3.0

13. レシチン14. 防腐剤

15. 香料

16. 精製水

## 【0046】(製造方法)

A:成分1~2を均一に混合後、更に成分3~4を加えて均一に混合する。

B:成分5~6を混合後、均一に加熱溶解する。

C:成分7~8及び成分14、16を混合し均一に溶解する

D:成分9~13を均一に混合後、Cに添加して均一に 混合する

E:AにBを撹拌しながら添加する。

F:Eに成分15を添加し、更にDを加えて均一に混和

し、加熱溶解後、容器に流し込んで冷却し、固形状油中

水型ファンデーションを得た。

以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物とを含有する固形状油中水型ファンデーションは、塗布時ののび広がり、なめらかさ、さっぱり感、後肌のさらさら感に優れ、化粧膜も油光りやテカリがなく、毛穴も目立たない美しい仕上がりで、また汗、水に強く、化粧持続性の高いものであった。

0.3

適量

適量

残量

[0047]

実施例5	クリー.	ム状ファ	ンデー	ショ	ン
------	------	------	-----	----	---

1. 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン 20.0 重合物E(製造例5) 2. トリオクタン酸グリセリル 15.0 3. ジメチルポリシロキサン(6cs) 5.0 4. ホホバ油 10.0 5. 酸化チタン 8.0 6. 着色顔料 4.0 7. マイカ 3.0 8. オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2) 20.0 9.1,3-ブチレングリコール 4.0 10. 防腐剤 適量 11. 香料 2. 精製水 残量	/ <del>F</del> / \	(%)
重合物E(製造例5) 2. トリオクタン酸グリセリル 15. 0 3. ジメチルポリシロキサン(6 c s) 5. 0 4. ホホバ油 10. 0 5. 酸化チタン 8. 0 6. 着色顔料 4. 0 7. マイカ 3. 0 8. オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2) 20. 0 9. 1, 3ープチレングリコール 4. 0 10. 防腐剤 適量	(成分)	
2. トリオクタン酸グリセリル       15. 0         3. ジメチルポリシロキサン (6 c s)       5. 0         4. ホホバ油       10. 0         5. 酸化チタン       8. 0         6. 着色顔料       4. 0         7. マイカ       3. 0         8. オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2)       20. 0         9. 1, 3ープチレングリコール       4. 0         10. 防腐剤       適量         11. 香料       適量	1. 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノボリシロキザン	20.0
3. ジメチルポリシロキサン (6 c s) 5. 0 4. ホホバ油 10.0 5. 酸化チタン 8. 0 6. 着色顔料 4. 0 7. マイカ 3. 0 8. オルガノポリシロキサン複合粉体B (製造例2) 20. 0 9. 1, 3ープチレングリコール 4. 0 10. 防腐剤 適量 11. 香料	重合物E(製造例5)	
4. ホホバ油       10.0         5. 酸化チタン       8.0         6. 着色顔料       4.0         7. マイカ       3.0         8. オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2)       20.0         9. 1, 3ープチレングリコール       4.0         10. 防腐剤       適量         11. 香料       適量	2. トリオクタン酸グリセリル	15.0
5.酸化チタン       8.0         6.着色顔料       4.0         7.マイカ       3.0         8.オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2)       20.0         9.1,3ーブチレングリコール       4.0         10.防腐剤       適量         11.香料       適量	3. ジメチルポリシロキサン(6cs)	5.0
6. 着色顔料       4.0         7. マイカ       3.0         8. オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2)       20.0         9. 1, 3ープチレングリコール       4.0         10. 防腐剤       適量         11. 香料       適量	4.ホホバ油	10.0
7. マイカ 3. 0 8. オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2) 20. 0 9. 1, 3ープチレングリコール 4. 0 10. 防腐剤 適量	5.酸化チタン	8.0
8. オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2) 20.0 9.1,3-ブチレングリコール 4.0 10.防腐剤 適量 11.香料 適量	6. 着色顔料	4.0
9. 1, 3-ブチレングリコール       4. 0         10. 防腐剤       適量         11. 香料       適量	7. マイカ	3.0
1 O. 防腐剤 適量 1 1 . 香料	8.オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2)	20.0
11. 香料 適量	9.1,3-ブチレングリコール	4.0
11.847	10. 防腐剤	適量
12. 精製水 残量	11. 香料	適量
	12. 精製水	残量

## 【0048】(製造方法)

A:成分1~4を混合後、成分5~8を加えて均一分散 する

B: Aに成分9~12を加えて乳化し、クリーム状ファンデーションを得た。

以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノボリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ボリエーテル変性オルガノボリシロキサン重合物とを含有するクリーム状ファンデーションは、塗布時ののび広がり、なめらかさ、後肌のさらさら感に優れ、化粧膜も油光りやテカリがなく、毛穴も目立たない美しい仕上がりで、汗、

水に強く、化粧持続性の高いものであった。

#### [0049]

【発明の効果】本発明品の、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物とを含有する油中水型化粧料は、なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧膜が油光りやテカリがなく、毛穴が目立たない美しい仕上がりで、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れるものである。

## フロントページの続き

Fターム(参考) 4C083 AA122 AB032 AB242 AB332 AB432 AC122 AC342 AC392 AC911 AD092 AD152 AD161 AD162 AD172 AD212 AD572 BB43 CC01 CC05 CC12 CC19

DD32 EE17